

# REPUBLICA FEDERATIVA DO BRASIL Ministério do Desenvolvimento, da Indústria e Comércio Exterior. Instituto Nacional da Propriedade Industrial Diretoria de Patentes

#### CÓPIA OFICIAL

### PARA EFEITO DE REIVINDICAÇÃO DE PRIORIDADE

O documento anexo é a cópia fiel de um Pedido de Patente de Invenção Regularmente depositado no Instituto Nacional da Propriedade Industrial, sob Número PI 03078647 de 25/11/2003.

Rio de Janeiro, 19 de Janeiro de 2005.

Murilo da Silva Técnico 3 III Mat.449188 DIRPA/SAAPAT/NUCAD

BEST AVAILABLE COPY

## 25蘭 第50毫 012007

Protocolo DEPESTOS LE PATERTES

Número (21)

DEPÓSITO Pedido de Patente ou de Certificado de Adição	PI0307864 – 7	depósito / /	
A'o Instituto Nacional da Pr	opriedade Industrial: são de uma patente na natureza	e nas condições abaixo indicad	las:
1. Depositante (71):	DE FEDERAL DO RIO DE JANE:		
<ul> <li>1.2 Qualificação:</li> <li>1.4 Endereço completo: Fundão, Rio de Ja</li> </ul>	Av. Brigadeiro Trompowski,	CNPJ/CPF: s/n° Cidade Universitár:	ia Ilha do
1.5 Telefone: FAX :	·	continua	em folha anexa
2. Natureza:	2.1.1 Certificado de Adição	2.2 Modelo de Utilidad	le
Escreya, obrigatoriamente e por e	ktenso, a Natureza desejada:INVENC	ÃO	•••••
3. Título da Invenção,	do Modelo de Utilidade ou do DE HIDRAZIDAS E SEUS DERI	Certificado de Adição (54):	DRAZINAS I
		continua	em folha anexa
4. Pedido de Divisão do	pedido nº.	, de / /	٠
5. Prioridade Interna - Nº de depósito	O depositante reivindica a segu Data de Dep	ninte prioridade: pósito / / (6	6)
6. Prioridade - O depo	sitante reivindica a(s) seguinte(s	e) prioridade(s):	
País ou organização de origem	Número do depósito	Data do depósito	
	•	/ /	
		continua	em folha anexa

7.	Inventor (72):						• • •
(	) Assinale aqui se o(s) r				lgação de	seu(s) nor	me(s)
	(art. 6° § 4° da LPI e item	1.1 do At	to N	ormativo nº 127/97)			
7.1	Nome: CLAUDIO CERQUEIRA	LOPES					
7.2	Oualificação: INVENTOR						
7.2	Q	elder Câ	imaı	ea, 3119 - Casa 19	- Apto.	201 Del Ca	a
•	stilho Rio de	Janeiro	RJ	BRASIL			
7.4	CEP:	7	.5	Telefone	X c	ontinua em fo	lha anexa
8.	Declaração na forma do item :	3.2 do A	to N	formativo nº 127/97:			
				•		em a	nexo
9.	Declaração de divulgação ante		_	ejudicial (Período de	graça):		
(art.	12 da LPI e item 2 do ato Normati	ivo n° 127	7/97:				
	·						
						em a	nexo
10.	Procurador (74):						
10.1	• •	EIRA,	LOP	ES & ATEM ADVOGAI	oos		
	03.725.45	3/0001	-73				
10.2				- 6° andar Rio	de Janei	.ro	
	RJ	,					
	. 20031_050			(21) 2532-22	<b>13</b>		
10.3	CEP: 20031-050	10.4 T	`ele	fone (21) 2532-22	40		
11.	Documentos anexados (assina	ale e indi	ique	também o número de	folhas):		
(De/	verá ser indicado o nº total de some	ente uma	aas	vias de cada documen	10)		
x 1	11.1 Guia de recolhimento	1 fls.	x	11.5 Relatório descri	tivo	10 fls.	
1 1	11.2 Procuração	1 fls	x	11.6 Reivindicações		4 fls.	
	11.3 Documentos de prioridade	o fls		11.7 Desenhos		o fls.	
	11.4 Doc. de contrato de trabalho	0 fls	x	11.8 Resumo	,,	1 fls.	
	11.9 Outros (especificar):	·	·			0 fls.	
	11.10 Total de folhas anexadas:					17 fls.	
12.	Declaro, sob penas da Lei,	que toda	as a	s informações acima	prestada	s são comj	pletas
	e verdadeiras						
- KU	Local e Data  Local e Data  Alveo Virtes Lorgo & ATEM ADVOGADOS  Assinatura e Carimbo						
	Local e Data				453/0001		

Formulário 1.01 -Depósito de Pedido de Patente ou de Certificado de Adição (folha 2/2)

## ANEXO DE WVENTORES

Cpf: 091768497-40

Título: PROCESSO	O PARA FORMAÇÃO DE HIDRAZIDAS E SEUS DERIVADOS A PARTIR DE PARTIR	ágina : 1				
Nome: Rosângela Sabattini Capella Lopes						
Qualificação: I	INVENTOR					
Endereço: Aveni	ida Dom Helder Câmara, 3119 - Casa 19 - Apto. 201 Del Castilho Rio de Jan	eiro RJ BRA				
L	•					
Cep:	Telefone:					
Nac:	Dt. Nasc.: / /					
Cpf: 547157097-	-91					
Nome: Jarí Nobr	rega Cardoso	n				
Qualificação: I	INVENTOR	U				
Endereço: Rua B	Belfort Roxo, No. 40 - Apto. 1401 Copacabana Rio de Janeiro RJ BRASIL					
Cep:	Telefone:					
Nac:	Dt. Nasc.: / /	•				
Cpf: 030854307-	-68					
Nome: Jacquelin	ne Alves da Silva					
Qualificação: I	INVENTOR					
Endereço: Rua D	Doutor Francisco da Fonseca Teles. No. 180 Taquara Rio de Janeiro RJ BRAS	IL				
Cep:	Telefone:					
Nac:	Dt. Nasc.: / /					
Cpf: 959160327-	-49					
Nome: Letícia G	Gomes Ferreira					
Qualificação: I	INVENTOR					
Endereço: Rua C	Cimbes, NO. 465 Coelho Neto Rio de Janeiro RJ BRASIL					
Cep:	Telefone:					
Nac:	Dt. Nasc.: / /					

#### Relatório Descritivo

PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE HIDRAZIDAS E SEUS DERIVADOS A PARTIR DE HIDRAZINAS E ÁCIDOS DICARBOXÍLICOS.

10 +

#### CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção revela um novo processo que favorece a produção de hidrazidas a partir de ácidos dicarboxílicos, usando um ácido de Lewis. Mais especificamente, a presente invenção se destina à formação de ftalazidas, como por exemplo o luminol, usando como ácido de Lewis para a reação um doador de haleto, mas especificamente cloreto, como o pentacloreto de nióbio. O processo fornece um rendimento global bem acima dos rendimentos descritos para as técnicas tradicionais, além de ser de fácil execução, não necessitando de condições reacionais drásticas.

15

20

25

30

10

5

## ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

É extremamente desejável e conveniente se dispor de métodos seguros para detecção confiável de quantidades pequenas de substâncias em líquidos, especialmente fluidos corporais, onde a presença de uma concentração tão baixa quanto 10<sup>-11</sup> M de alguma substância pode ser potencialmente patogênica.

Métodos clássicos de detecção em líquidos se baseiam em esquemas de reações onde se pode medir tanto o aparecimento de um produto quanto o desaparecimento de um reagente. Dá-se principal importância a compostos quimioluminescentes, capazes de produzir luz quando em condições favoráveis.

A quimioluminescência é um método baseado na característica de certas substâncias emitirem luz quando presentes com a substância a ser pesquisada. Possui aplicações forenses, de diagnóstico, e de controle de qualidade, sendo capaz de detectar traços de elementos. Um exemplo de composto quimioluminescente muito empregado em investigações criminais é o

luminol, composto capaz de detectar manchas de sangue escondido em locais suspeitos, em cenas de crime contra a vida. O mecanismo de ação do luminol se baseia na reação abaixo, onde a adição de peróxido de hidrogênio é capaz de oxidar o luminol num meio básico, gerando luz. Porém, a reação abaixo necessita de um catalisador, que será o Fe presente na hemoglobina dos eritrócitos do sangue. Logo, ao se colocar em contato uma solução de luminol em meio básico e uma solução de peróxido de hidrogênio com Fe, um brilho intenso será produzido, confirmando a presença do composto pesquisado.

Existem inúmeras aplicações para as substâncias quimioluminescentes além da utilização em situações forenses. Atualmente, tem-se aumentado o seu consumo e produção, especialmente na indústria do entretenimento e prevenção de acidentes. Diversos acessórios, tais como: pulseiras, colares, brincos, molduras plásticas de dentes, copos de bebidas etc, são muito utilizados em eventos festivos individuais e coletivos, em residências familiares, casas noturnas, teatros, estádios de futebol, mega apresentações de cantores dos mais variados estilos musicais, rodeios e outros, atraindo a atenção do público pelo intenso brilho da reação de quimioluminescência. Equipamentos sinalizadores de segurança são utilizados por megulhadores em águas profundas e com pouca visibilidade, especialmente na manutenção das instalações industriais submarinas de prospecção de petróleo, ou através de policiais e bombeiros em casos de acidentes noturnos com intensa neblina em condições climáticas desfavoráveis nas rodovias e grandes avenidas ou ainda por membros da polícia marítima no auxílio a navegação noturna em rios,

lagos, baías e perto da costa, entre outras são algumas aplicações possíveis das substâncias quimioluminescentes passíveis de produção industrial pelo processo descrito nessa invenção, especialmente o luminol.

O processo de síntese do luminol e de seus derivados possui, dentre outras etapas, a reação de um ácido dicarboxílico com uma hidrazina. Essa etapa é geralmente difícil de ser realizada, uma vez que necessita de condições drásticas e seus rendimentos não são significativamente elevados. Diversos documentos propõem soluções para esta etapa.

5

10

15

20

25

30

A patente britânica GB 1,100,911 é a primeira a descrever a síntese de derivados da ftalazina. Dentre alguns dos processos propostos, utiliza-se uma mistura de um ácido dicarboxílico e uma hidrazina, sendo a mistura então aquecida sob refluxo por 4 horas. A solução é resfriada e adiciona-se água e HCl até pH 7. O sólido formado é recristalizado em água quente.

A patente americana US 4,226,992 realiza a formação da ftalazida a partir de um ácido dicarboxílico e uma hidrazina em metanol sob refluxo durante 3 horas. Após resfriada, a mistura é evaporada até a secura em rotaevaporador, sendo o resíduo cristalino seco por 24 horas (overnight) a 80°C sob vácuo.

A patente US 4,226,993 descreve a reação de uma ftalimida com uma hidrazina, em etanol sob refluxo por 2 horas. Após resfriada e deixada em repouso por 24 horas (overnight). Após evaporação em rotaevaporador sob pressão reduzida, o sólido foi seco a 110°C durante 8 horas a uma pressão de 0,1 mmHg. O resíduo sólido foi agitado durante 90 minutos em HCl 10%, filtrado e neutralizado com KOH, e o precipitado foi filtrado, seco e recristalizado em dimetil formamida aguosa.

Um documento que descreve uma técnica semelhante a da presente invenção é a patente americana US 6,489,326. Ela descreve um processo de extremamente complicado e perigoso de produção de uma hidrazida a partir de anidrido 3-nitro-ftálico e hidrazina. Apesar de apresentar excelentes rendimentos, na faixa de 85-90%, a reação envolve um catalisador de Ni-

Raney, geração de gases, como N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>, além de ser extremamente exotérmica, podendo chegar a temperaturas de 285-90°C.

Diferentemente de todos os processos acima descritos, a presente invenção utiliza um ácido de Lewis doador de haleto, mais especificamente cloreto, mais especificamente ainda o pentacloreto de nióbio em dioxana, que promove uma reação branda, de fácil controle e capaz de gerar rendimento 90-95%.

O pentacloreto de nióbio é um conhecido ácido de Lewis, sendo utilizado como catalisador de reações de ciclotrimerização como, por exemplo, as reações descritas no documento WO 91/09066. Quanto à síntese de compostos orgânicos, um documento pertinente, porém não relevante é a patente US 4,349,471, que descreve a síntese de haletos de ácidos sulfônicos e de ácidos carboxílicos aromáticos, e tal reação envolve o uso de um ácido de Lewis, como por exemplo o pentacloreto de nióbio. No entanto, a reação da presente invenção é completamente diferente das reações descritas nos documentos citados acima, e portanto o uso de um ácido de Lewis doador de haleto, mais especificamente cloreto, como o pentacloreto de nióbio, nunca fora antes relatado para síntese de hidrazidas a partir de ácidos dicarboxílicos e hidrazinas, sendo a presente invenção totalmente nova.

### OBJETO DA INVENÇÃO

10

15

20

25

30

É um objeto da presente invenção fornecer um processo alternativo para a síntese de hidrazidas a partir de ácidos dicarboxílicos e hidrazinas.

É um adicional objeto da presente invenção fornecer um processo de síntese de hidrazidas em condições reacionais brandas e seguras, sem liberação de gases nem de calor e com excelente rendimento.

É ainda um objeto da invenção fornecer um processo de síntese de hidrazidas economicamente mais viável que os atuais disponíveis.

É um objeto da presente invenção, fornecer um processo de síntese de hidrazidas onde tal processo se baseia na utilização de um ácido de Lewis doador de haleto. Mais especificamente, o processo se baseia na utilização de

um ácido de Lewis doador de cloreto. Mais especificamente ainda, o ácido de Lewis é o pentacloreto de nióbio.

11

É um adicional objeto da presente invenção fornecer um processo de preparação de luminol baseado na produção de uma hidrazida onde o ácido de Lewis é um doador de cloreto, mais especificamente o ácido de Lewis é pentacloreto de nióbio.

É um adicional objeto da presente invenção fornecer um kit de utilização de um composto quimioluminescente, mais especificamente o luminol, onde tal kit forneça uma luminescência mais duradoura e de fácil aplicação sem utilização da luz ultravioleta.

## DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção tem como características inovadoras um processo alternativo para a produção de hidrazidas, baseado no uso de doadores de haleto como catalisadores, que fornecem reações com rendimentos melhores que os atuais métodos disponíveis. A presente invenção também fornece um novo processo de síntese do luminol, processo este mais barato e economicamente viável.

A reação proposta por esta invenção tem como objetivo a produção de uma hidrazida a partir da reação de um ácido dicarboxílico de fórmula geral (I):

25

30

5

10

15

20

onde R¹ pode ser hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou ramificados;

n varia de 1 a 2;

5

10

15

20

25

com uma hidrazina de fórmula geral (II):

onde R² e R³ são, independentemente, hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou

ramificados;

e preparados na presença de um reagente doador de cloreto.

Adicionalmente, a presente invenção tem como objetivo a produção de uma hidrazida a partir da reação de um ácido dicarboxílico de fórmula geral (III):

onde A pode ser um anel aromático contendo de 4 até 8 átomos de carbono, um anel não-aromático contendo de 4 até 8 átomos de carbono, um anel heterocíclico aromático contendo de 4 até 8 átomos de carbono, onde o heteroátomo é S, O e/ou N, um anel heterocíclico não-aromático contendo de 4 até 8 átomos, onde o heteroátomo é S, O e/ou N. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou ramificados;

O anel A pode ainda possuir adicionalmente 1 ou mais anéis aromáticos, nãoaromáticos, heterocíclicos aromáticos, heterocíclicos não-aromáticos e mistura

dos mesmos, acoplados, onde o heteroátomo pode ser N, O, e/ou S. Os átomos X e Y estão incluídos na contagem de átomos do anel A;

13

X pode ser C ou N;

Y pode ser C ou N;

5

10

15

20

25

com uma hidrazina de fórmula geral (II):

onde R2 e R3 são, independentemente, hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou ramificados; e preparados na presença de um reagente doador de cloreto.

A reação acontece em temperatura ambiente, com excelentes rendimentos. Pode-se adicionalmente utilizar o ácido dicarboxílico de fórmula geral (I) ou (III) suspenso em um solvente orgânico.

O ácido de Lewis doador de haleto é selecionado dentre cloreto de alumínio, cloreto de ferro (III), cloreto de zinco, cloreto de cádmio, cloreto de mercúrio (II), cloreto de berílio, cloreto de magnésio, brometo de magnésio eterato, trifluoreto de boro, tricloreto de boro, cloreto de gálio, dicloreto de titânio, tetracloreto de titânio, tetracloreto de zircônio, cloreto de níquel, pentacloreto de nióbio, tetracloreto de urânio, cloreto de cobre (I), cloreto de cobre (II), cloreto de cobalto, tricloreto de cromo, tricloreto de bismuto, tricloreto de antimônio, tricloreto de titânio, tetracloreto de arsênio, pentacloreto de arsênio e mistura dos mesmos.

Os solventes orgânicos adequados para a suspensão do ácido dicarboxílico podem ser selecionados dentre os solventes conhecidos no estado da técnica.

Os exemplos a seguir são apenas ilustrativos, e não limitantes do potencial da invenção.

#### Exemplo 1

5

10

15

20

25

A síntese do luminol conforme proposta nesta invenção possui quatro etapas, conforme o esquema a seguir:

Os reagentes da etapa 1 são  $H_2SO_4$  e  $HNO_3$ , responsáveis pela nitração do anidrido ftálico em condições brandas.

Na etapa 2, principal inovação proposta, utiliza-se pentacloreto de nióbio a uma suspensão de ácido 3-nitroftálico em dioxana, e após trinta minutos foi adicionada uma solução de hidrazina 40%, obtendo-se então o derivado 5-nitro-2,3-diidroftalizida-1,4-diona.

Em um balão de três saídas de 100 mL equipado com agitação magnética, condensador de refluxo e um fluxo de argônio seco foram adicionados 4,71 mmoles de pentacloreto de nióbio seguido da adição de 30,0 mL de dioxana e do ácido 1-nitro ftálico (14,13 mmoles). Após alguns poucos minutos sob vigorosa agitação é observada a formação de uma suspensão. Em seguida foi adicionada uma solução aquosa de 40% de hidrazina (37,68 mmoles) na mistura reacional. Em meia hora a temperatura foi lentamente elevada entre 45-50°C e o tempo de reação foi estendido para mais quatro horas. A mistura reacional foi resfriada e os sólidos formados foram removidos através de uma filtração. O filtrado foi extraído com acetato de etila (200,0 mL) e lavado com uma solução 5% de bicarbonato de sódio (60,0 mL), solução

saturada de cloreto de sódio (2 x 60,0 mL) e água destilada (3 x 60,0 mL). A fase orgânica foi seca sob sulfato de sódio anidro e evaporada a vácuo e recristalizada em etanol/água destilada fornecendo o luminol na faixa de rendimento de 90-95%.

15

O pentacloreto de nióbio neste processo é convertido em pentóxido de nióbio. Entretanto, a formação do cloreto de ácido do 1-nitro-ftálico pode ser admitida mecanisticamente a partir do correspondente niobato através de um ataque do tipo nucleofílico realizado pelos cloretos gerados no meio reacional a partir do pentacloreto de nióbio, atribuindo-se então a este reagente a propriedade de doador de cloretos nesta transformação.

Na etapa 3, uma simples reação de redução foi capaz de reduzir o grupo nitro a amina. Neste caso, pode-se utilizar redutores como ditionito de sódio em meio básico seguido da adição de ácido acético. Podemos também promover esta redução utilizando o processo de hidrogenação contendo paládio sobre carbono (10%) em solventes como dioxana e ácido acético. O produto final, luminol, é obtido em rendimento quantitativo.

#### Exemplo 2

5

10

15

20

25

30

Adicionalmente, a invenção fornece um kit de utilização de uma solução de uma substância quimioluminescente obtida pelo processo descrito acima, sendo tal kit composto de duas soluções separadas, denominadas solução A e solução B.

A solução A contém uma solução alcalina de luminol, sendo que a concentração do luminol pode variar de 0,75 até 7,0 g/L, sendo a concentração ideal de 5,0 g/L. A solução B contém uma solução de peróxido de hidrogênio em água, onde a concentração do peróxido de hidrogênio varia de 1,0 a 5,0%, sendo preferencialmente 3,0%. O pH da solução pode variar de 8 até 14, sendo preferencialmente 13,6. Qualquer agente alcalinizante pode ser utilizado, desde que a solução possua um pH final compreendido na faixa de 8 a 14. Entendese por agente alcalinizante qualquer substância capaz de gerar hidroxilas quando em solução. Alguns agentes alcalinizante preferidos são os hidróxidos

de metais alcalinos, e sua concentração na solução pode variar de 0,05M até 3,0M, sendo a faixa de concentração de 0,1M a 0,5M preferida.

O procedimento operacional requer a aplicação simultânea das soluções A e B no local onde ocorrerá a reação de quimioluminescência. Caso haja reação, será observada uma coloração azul intensa, visível em um ambiente escuro, não sendo necessário o uso de lâmpadas de UV.

A principal vantagem deste kit é a durabilidade dos reagentes presentes nas soluções A e B. Kits convencionais apresentam-se como uma mistura de sólidos geralmente contendo luminol, carbonato de sódio, borato de sódio e etc, os quais após dissolução com água destilada fornecem uma única solução com tempo de duração para obtenção da reação quimioluminescente menor do que a descrita nesta patente. O kit apresentado nesta invenção tem a vantagem de fornecer uma reação mais duradoura e de não necessitar do emprego de luz UV para visualização do aparecimento de coloração. Isso é devido à estabilidade que o meio alcalino proporciona ao peróxido de hidrogênio, retardando sua decomposição.

ł

10

15

#### Reivindicações

## PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE HIDRAZIDAS E SEUS DERIVADOS A PARTIR DE HIDRAZINAS E ÁCIDOS DICARBOXÍLICOS.

5

1- Processo para a produção de hidrazidas e seus derivados, caracterizado pela reação de um ácido dicarboxílico de fórmula geral (I)

10

15

## $(R^1CH)_n (COOH)_2$ (I)

onde R1 pode ser hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou ramificados;

n varia de 1 a 2;

20

com uma hidrazina de fórmula geral (II)

25

onde R2 e R3 são, independentemente, hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono;

na presença de um ácido de Lewis.

2- Processo para a produção de hidrazidas e seus derivados, caracterizado pela reação de um ácido dicarboxílico de fórmula geral (III)

onde A pode ser um anel aromático contendo de 4 até 8 átomos, um anel não-aromático contendo de 4 até 8 átomos, um anel heterocíclico aromático contendo de 4 até 8 átomos, onde o heteroátomo é S, O e/ou N, um anel heterocíclico não-aromático contendo de 4 até 8 átomos, onde o heteroátomo é S, O e/ou N. Todos os grupos listados acima podem ser adicionalmente substituídos e/ou ramificados;

O anel A pode ainda possuir adicionalmente 1 ou mais anéis aromáticos, não-aromáticos, heterocíclicos aromáticos, heterocíclicos não-aromáticos e mistura dos mesmos, acoplados, onde o heteroátomo pode ser N, O, e/ou S;

X pode ser C ou N;

Y pode ser C ou N;

com uma hidrazina de fórmula geral (II)

15

20

5

10

onde R2 e R3 são, independentemente, hidrogênio, alquil, alquenil, alquinil, fenil, heterocíclicos aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, heterocíclicos não aromáticos contendo como heteroátomo S, O e/ou N, cicloalquil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquenil contendo de 3 até 8 átomos de carbono, cicloalquinil contendo de 3 até 8 átomos de carbono;

na presença de um ácido de Lewis.

- 3- Processo, de acordo com as reivindicações 1 ou 2, onde o ácido de Lewis é um doador de haleto.
- 4- Processo, de acordo com a reivindicação 3, onde o ácido de Lewis doador de haleto é escolhido dentre cloreto de alumínio, cloreto de ferro (III), cloreto de zinco, cloreto de cádmio, cloreto de mercúrio (II), cloreto

10

15

5

- 5- Processo, de acordo com a reivindicação 4, onde o ácido de Lewis doador de haleto é o pentacloreto de nióbio.
- 6- Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo ácido dicarboxílico estar suspenso em um solvente orgânico.
- 7- Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo solvente orgânico ser um solvente orgânico polar aprótico.
- 8- Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo solvente ser escolhido dentre dioxana, acetona, metilpirrolidona, dimetilsulfóxido, N,N-dimetilformamida e mistura dos mesmos.
  - 9- Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pela hidrazina estar solubilizada em água ou no próprio solvente da reação.
- 20 10- Processo, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pela reação do ácido 1-nitro-ftálico com hidrazina na presença de pentacloreto de nióbio.
  - 11- Kit de utilização de uma substância quimioluminescente caracterizado por possuir:

25

- a) uma primeira formulação contendo (solução A):
  - uma substância quimioluminescente; e
  - um agente alcalinizante;
- b) uma segunda formulação contendo (solução B):
  - peróxido de hidrogênio;

30

- água.
- 12- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pela concentração da substância quimioluminescente estar presente em uma faixa de concentração que pode variar de 0,75 g/L até 7,0 g/L.

- 13- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pela concentração do peróxido de hidrogênio estar presente em uma faixa de concentração que pode variar de 1,0% p/p a 5,0% p/p.
- 14- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo pH da segunda formulação estar compreendido em uma faixa que pode variar de 8 a 14.

5

10

- 15- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo agente alcalinizante ser um hidróxido de metal alcalino.
- 16- Kit, de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo agente alcalinizante estar presente em uma faixa de concentração que pode variar de 0,05M até 3M.
- 17- Kit, de acordo com a reivindicação 15 e 16, caracterizado pelo agente alcalinizante estar presente em uma faixa de concentração que pode variar de 0,1M até 0,5M.
- 15 18- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pela aplicação simultânea das soluções A e B no local pesquisado com o objetivo de promover a formação da reação quimioluminescente.
  - 19- Kit, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pela substância quimioluminescente ser obtida pelo processo da reivindicação 1.
- 20 20- Kit, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pela substância quimioluminescente ser o luminol.

W

#### Resumo

## PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE HIDRAZIDAS E SEUS DERIVADOS A PARTIR DE HIDRAZINAS E ÁCIDOS DICARBOXÍLICOS.

5

10

21

A presente invenção fornece um processo para formação de hidrazidas a partir da reação de uma hidrazina com um ácido dicarboxílico, sendo empregado um ácido de Lewis como reagente chave do processo reacional. A reação se passa em um ambiente reacional seguro, empregando condições brandas, não envolvendo a utilização de altas pressões ou temperaturas, produzindo os produtos desejados com rendimentos elevados, em torno de 90-95%. A invenção também fornece um kit de utilização de substâncias quimioluminescentes, sendo tal kit constituído por duas soluções.

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/BR04/000236

International filing date: 25 November 2004 (25.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: BR

Number: PI0307864-7

Filing date: 25 November 2003 (25.11.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 21 February 2005 (21.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



## This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

believed in the images melade but are not immited to the items encored.
BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
☐ OTHER:

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.